

EFFECTO DE ENVEJECIMIENTO EN LA SOLUCIÓN DE PARTIDA AL CRECER CAPAS DE ÓXIDO DE NÍQUEL POR NEBULIZACIÓN PIROLÍTICA.

Sequeira Karen Melanie^{1,2} Tejerina Matías^{2,3}

¹ Graduada en Ingeniería en materiales, Facultad de Ingeniería (UNLP) 1 y 47, La Plata, Buenos Aires, Argentina, 1900.

² Centro de Tecnología de Recursos Minerales y Cerámica, CETMIC (CONICET, CIC, UNLP) Cno. Centenario y 506, Gonnet, Buenos Aires, 1897.

³ Dpto. Cs Básicas, Facultad de Ingeniería (UNLP) 1 y 47, La Plata, Buenos Aires, Argentina, 1900. Correo electrónico: matias.tejerina@unlp.edu.ar

Introducción

El óxido de níquel (NiO) tiene una excelente estabilidad química y muestra conductividad tipo p debido a vacantes de Ni y/o intersticiales de O. Por esto, las películas delgadas de óxido de níquel tienen un gran aplicabilidad, por ejemplo, como material activo en sensores de gases químicos, como ánodo en celdas de combustible de oxígeno, como contraelectrodo en ventanas inteligentes debido a su p- tipo propiedad electrocrómica, y en otros dispositivos optoelectrónicos tales como elementos para visualización de información, obturadores de luz y espejos de reflectancia variable[1]. En el estudio de Bhujel et al. se presentó el efecto del tiempo de envejecimiento de rango medio (1 día-6 días) sobre las propiedades estructurales y ópticas de películas de ZnO depositadas sobre sustratos de vidrio mediante la técnica de recubrimiento por rotación sol-gel, en él se, encontró que la naturaleza cristalina, la morfología de la superficie y las propiedades ópticas de las películas de ZnO dependen en gran medida del tiempo de envejecimiento [2]. Teniendo en cuenta este antecedente, el presente trabajo se enfocó en estudiar el efecto del envejecimiento sobre las propiedades de las películas delgadas de óxido de níquel depositadas por nebulización pirolítica.

Procedimiento experimental

Para la síntesis de las películas finas de NiO se ha utilizado una solución acuosa 0,2 M de Nitrato de Níquel , $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, mediante una técnica de pirólisis por pulverización con nebulizador, sobre sustratos de vidrio a 450 °C. Los sustratos utilizados fueron portaobjetos convencionales de vidrio sódico-cálcico de 2x7cm. Se crecieron dos películas finas de NiO, para la fabricación de una de ellas se utilizó una solución que se dejó envejecer durante 21 días, y para la otra, una solución generada el mismo día de la síntesis. Para obtener cada solución de partida, se disolvió 1,25 g de $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, en 20 ml de agua MQ; y se agitó durante 10 minutos. Antes del proceso de recubrimiento, los sustratos de vidrio se lavaron en solución de detergente, luego agua destilada, alcohol etílico y acetona. Para nebulizar y depositar la solución sobre el sustrato, se utilizó la configuración que se esquematiza en la Figura 1. La temperatura del sustrato se mantuvo constante mediante una platina calefactora (OHAUS Guardian 5000). La distancia utilizada entre la boquilla y el sustrato, fue de 2.5 cm y se aplicó una presión de 10 bar de aire comprimido conectado a la cámara del nebulizador como se muestra en la Figura 1. Una vez finalizado cada proceso de fabricación, la película delgada resultante se dejó enfriar hasta alcanzar temperatura ambiente.

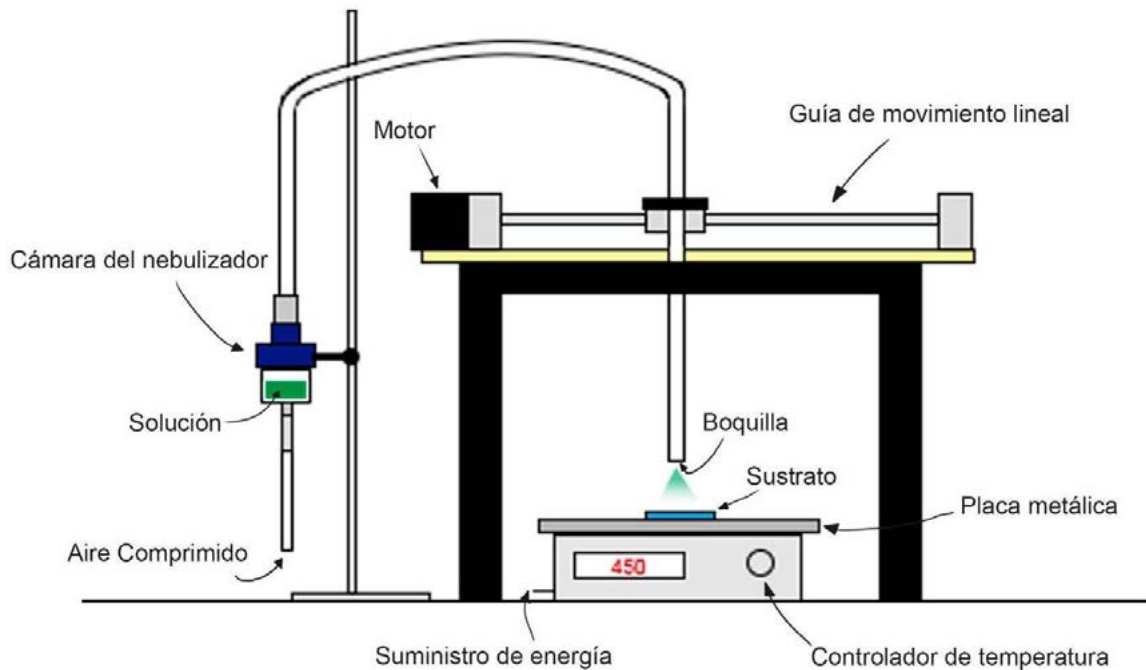


Figura 1. Esquema del equipo utilizado para la nebulización pirolítica.

Ambas muestras obtenidas se inspeccionaron con microscopía óptica (OLYMPUS B60) para caracterizar su morfología, y, mediante un difractómetro de rayos X (XRD) (Bruker D8 Advance) desde ángulos 2θ de 30° a 50° para obtener información de sus características estructurales. Además, los análisis de transmitancia se efectuaron a través de un equipo de espectroscopia UV (Cary 5000 Agilent Technologies), en el rango de longitud de onda de 200 nm a 1100 nm (UV-VIS-NIR).

Resultados

Estudios morfológicos

En la Figura 1 pueden observarse las imágenes macroscópicas de ambas muestras, la muestra fabricada con solución envejecida presenta en su zona central mayor opacidad que la muestra que fue sintetizada con solución sin envejecer.

Las morfologías superficiales microscópicas de las películas de NiO sintetizadas con la solución sin envejecer y con la solución envejecida se presentan en la Figura 3. En la misma puede observarse que la densidad de partículas de la muestra fabricada con solución envejecida es mayor a la de la muestra fabricada con solución sin envejecer.

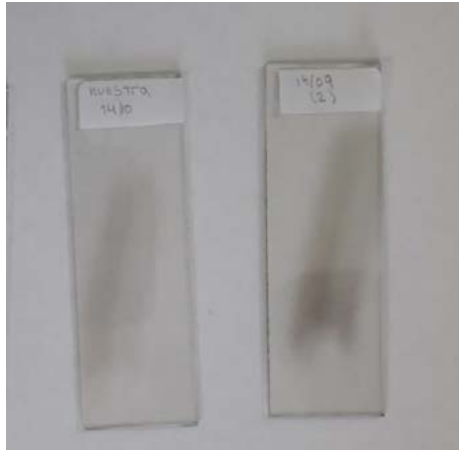


Figura 2. Imagen de la muestra fabricada con solución sin envejecer (izq.) y muestra fabricada con solución envejecida (der.).

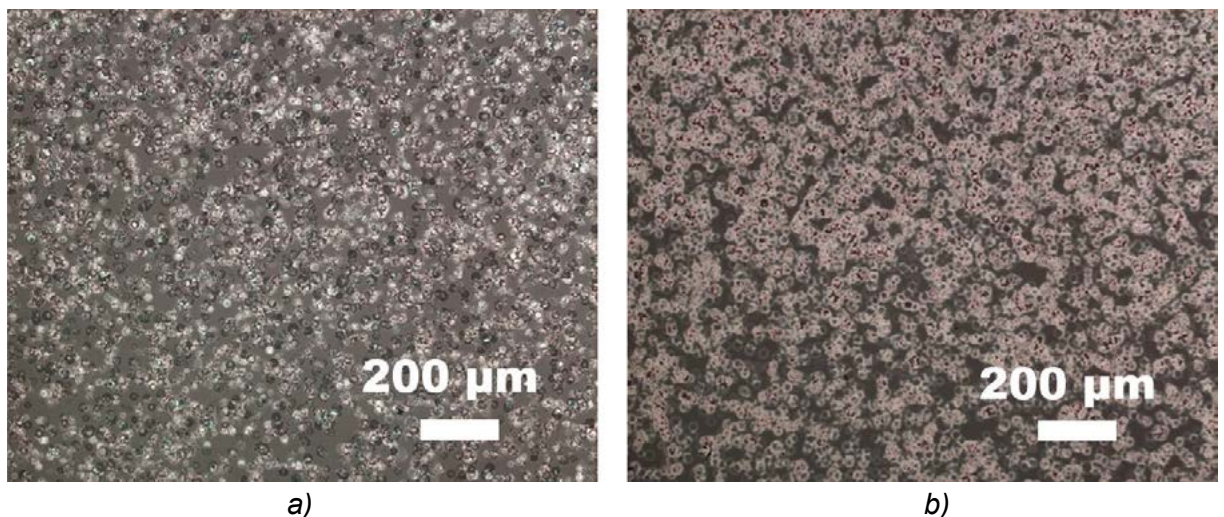


Figura 3. Micrografías ópticas de película de NiO para (a) Muestra sintetizada con solución sin envejecer y (b) Muestra sintetizada con solución envejecida

Estudios Estructurales

En los patrones de XRD que se presentan en la Figura 4, puede observarse el pico de difracción del plano $[1\ 1\ 1]$, en aproximadamente $2\theta = 37.3^\circ$, sobre la muestra fabricada con la solución envejecida, dicho pico corresponde a la estructura cúbica del NiO (JCPDS 73-1523). Mientras que en la otra muestra no se observó señal, lo que se corresponde con espesor más delgado de la capa.

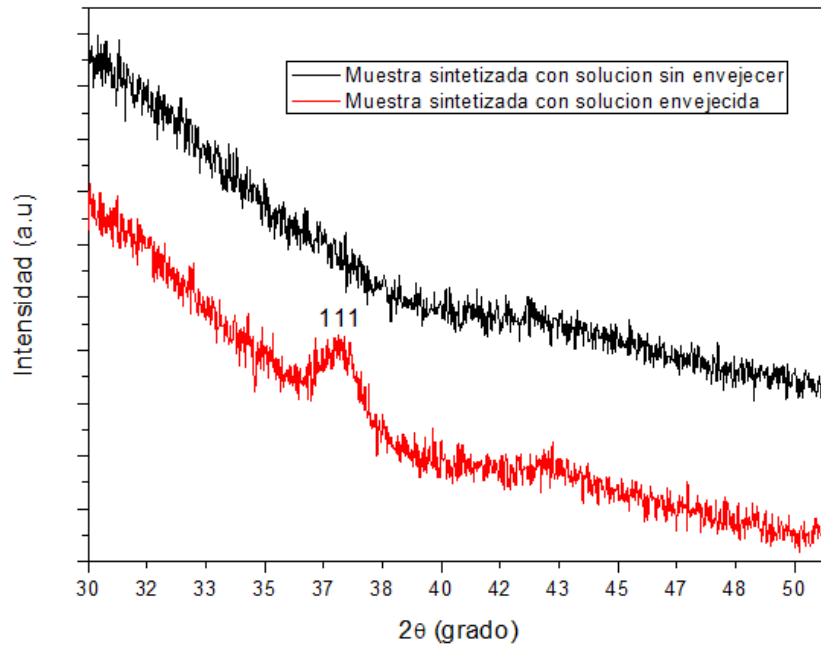


Figura 4. DRX de películas de NiO envejecidas y sin envejecer.

Propiedades ópticas (transmitancia)

Los espectros de transmisión de las películas de NiO sintetizadas con solución sin envejecer y solución envejecida se muestran en la Figura 5. El espectro de transmitancia de la muestra envejecida disminuye respecto al espectro de transmitancia de la muestra sin envejecer. Esta disminución puede corresponderse a un mayor espesor en la primera muestra porque, en general, un material más denso disminuye su transparencia.

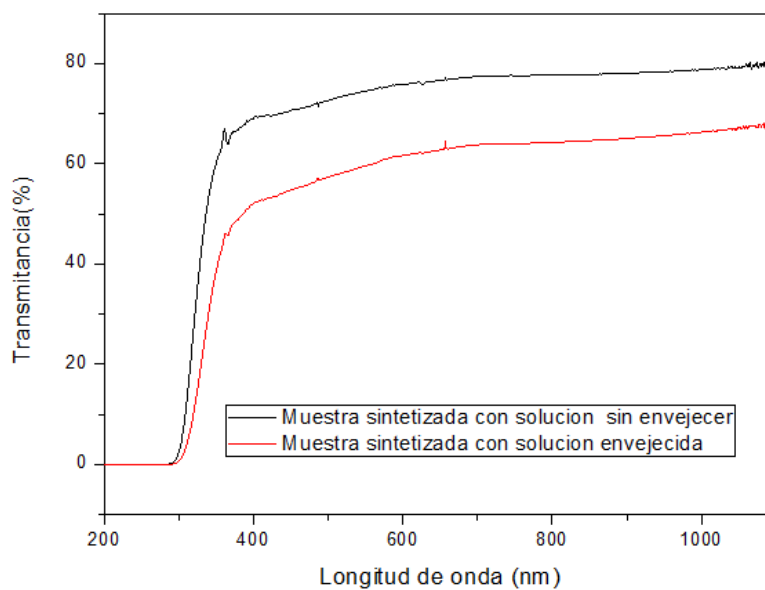


Figura 5. Comparación de los espectros de transmisión de películas de NiO sintetizadas con solución envejecida y sin envejecer.

Teniendo en cuenta los resultados de todas las técnicas de caracterización utilizadas, pudo observarse que el envejecimiento de la solución de partida permitió depositar una mayor cantidad de material.

Conclusiones

Se lograron fabricar films de NiO utilizando solución envejecida y sin envejecer. Mediante las técnicas de caracterización utilizadas, pudo observarse que la morfología de la superficie de las películas de NiO presenta una mayor densidad de partículas cuando se utiliza la solución envejecida para su fabricación. Por consecuencia, la muestra sintetizada con la solución envejecida presenta una menor transmitancia en comparación con la película fabricada con la solución sin envejecer. En síntesis, se encontró que el envejecimiento conduce a un mayor espesor de deposición, lo que se puede atribuir a un cambio en la viscosidad de la solución por el envejecimiento.

Referencias

- [1] V. Gowthami, P. Perumal, R. Sivakumar, C. Sanjeeviraja, Structural and optical studies on nickel oxide thin film prepared by nebulizer spray technique, *Physica B Condens. Matter*, 452 (2014) 1-6. <https://doi.org/10.1016/j.physb.2014.06.030>.
- [2] K. Bhujel, S.S. Ningthoujama, L.R. Singh, S. Raib, Effect of solution aging on properties of spin coated zinc oxide thin films, *Mater. Today: Proc.*, 46 (2021) 6419-6422. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.07.099>.